

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-016029

(43)Date of publication of application : 18.01.2002

(51)Int.Cl.

H01L 21/304

B24B 37/00

B24B 57/02

(21)Application number : 2000-193022

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEMICAL
ENGINEERING CORP

(22)Date of filing : 27.06.2000

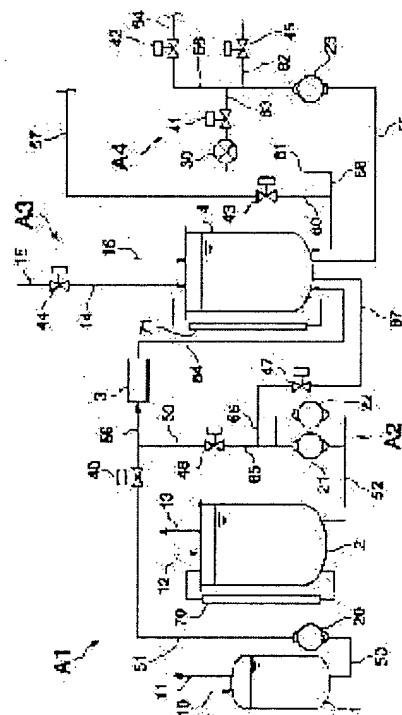
(72)Inventor : TAKASAKI NORIHIRO
BANDO YOSHIFUMI
HINO MASUMI

(54) PREPARATION METHOD AND APPARATUS FOR POLISHING LIQUID

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polishing liquid preparation method and an apparatus capable of efficiently preparing polishing liquid more precisely regulated in concentration when a polishing liquid for chemically and mechanically polishing a semiconductor device is prepared.

SOLUTION: A polishing liquid preparation method is a method of preparing polishing liquid, by adding additives to a slurry undiluted solution composed of water and an abrasive grain component and comprising an initial preparation process (A) of continuously preparing polishing liquid, that contains additives in a prescribed range of concentration and a concentration control process (B) of measuring the additive concentration of the polishing liquid and feeding a certain amount of the slurry undiluted solution or the additives, when the amount is short in supply. A polishing liquid preparation device is composed of a slurry undiluted solution bath (1), an additive bath (2), a mixing bath (3) for mixing the slurry undiluted solution and the additives together, a polishing liquid bath (4) for storing the polishing liquid, and a concentration measuring device (30) which takes advantage of an ultrasonic speed method.



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-16029

(P2002-16029A)

(43)公開日 平成14年1月18日(2002.1.18)

(51)Int.Cl.⁷

H 0 1 L 21/304

識別記号

6 2 2

F I

H 0 1 L 21/304

テ-マ-ト (参考)

6 2 2 R 3 C 0 4 7

6 2 2 E 3 C 0 5 8

B 2 4 B 37/00

37/02

B 2 4 B 37/00

57/02

K

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願2000-193022(P2000-193022)

(22)出願日 平成12年6月27日(2000.6.27)

(71)出願人 000176763

三菱化学エンジニアリング株式会社

東京都港区芝五丁目34番6号

(72)発明者 高崎 紀博

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石1番2号

三菱化学エンジニアリング株式会社内

(72)発明者 板東 嘉文

福岡県北九州市八幡西区黒崎城石1番2号

三菱化学エンジニアリング株式会社内

(74)代理人 10009/928

弁理士 岡田 数彦

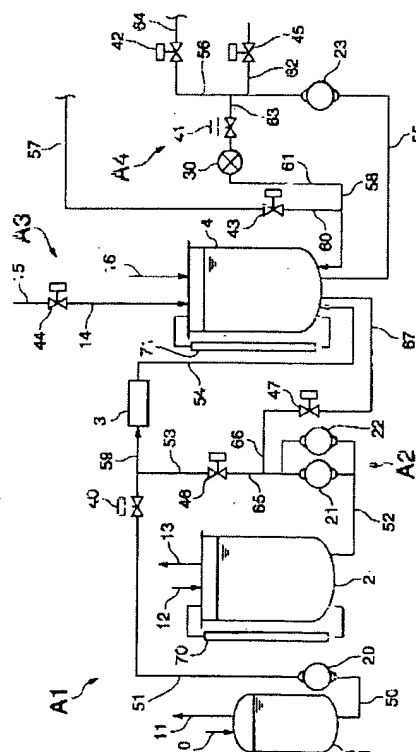
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 研磨液の調製方法及び調製装置

(57)【要約】

【課題】 半導体デバイスの研磨加工などに使用される化学機械研磨用の研磨液を調製するにあたり、一層高精度に濃度調整でき且つ効率的に調整できる研磨液の調製方法及び調製装置を提供する。

【解決手段】 研磨液の調製方法は、水および砥粒成分から成るスラリー原液に添加剤を添加して調製する方法であり、所定範囲内の添加剤濃度の研磨液を連続的に調製する初期調製工程(A)、得られる研磨液の添加剤濃度を測定し、スラリー原液または添加剤の不足量を供給する濃度調整工程(B)から成る。また、研磨液の調製装置は、スラリー原液の原液槽(1)、添加剤の添加剤槽(2)、スラリー原液と添加剤を混合する混合槽(3)、研磨液を貯蔵する研磨液槽(4)、超音波音速法を利用した濃度測定装置(30)などから構成される。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 主に水および砥粒成分から成るスラリー原液に添加剤としての酸またはアルカリを添加することにより、所定の添加剤濃度の化学機械研磨用の研磨液を調製する方法であって、

初期調製工程（A）；一定のスラリー濃度のスラリー原液に添加剤を添加し、所定範囲内の添加剤濃度の研磨液を連続的に調製する工程、

濃度調整工程（B）；工程（A）で得られる研磨液の添加剤濃度を測定し且つ測定された濃度と予め設定された目標濃度の域値とを比較し、測定された濃度が目標濃度の域値外の場合にスラリー原液または添加剤の不足量を追加供給する工程を含み、

濃度調整工程（B）において添加剤濃度を測定するにあたり、超音波音速法によって継続的に測定することとを特徴とする研磨液の調製方法。

【請求項2】 主に水および砥粒成分から成るスラリー原液に添加剤としての酸またはアルカリを添加することにより、所定の添加剤濃度の化学機械研磨用の研磨液を調製する装置であって、

スラリー原液を貯蔵する原液槽（1）、添加剤を貯蔵する添加剤槽（2）、研磨液を貯蔵して外部へ供給する研磨液槽（4）、原液槽（1）から研磨液槽（4）にスラリー原液を供給する原液供給装置（A1）、添加剤槽（2）から研磨液槽（4）に添加剤を供給する添加剤供給装置（A2）、研磨液槽（4）の研磨液の添加剤濃度を測定する濃度測定装置（30）、および、これらの機器を制御する制御装置を含み、

濃度測定装置（30）は、超音波音速法によって継続的に濃度を測定する機能を備え、

前記制御装置は、濃度測定装置（30）によって測定される濃度と予め設定された目標濃度の域値とを比較し、測定された濃度が目標濃度の域値外の場合に原液供給装置（A1）又は添加剤供給装置（A2）を作動させ、スラリー原液または添加剤の不足量を研磨液槽（4）に追加供給する機能を備えていることを特徴とする研磨液の調製装置。

【請求項3】 研磨液槽（4）には、噴流によって研磨液を攪拌する攪拌機構が設けられている請求項2に記載の研磨液の調製装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、研磨液の調製方法および調製装置に関するものであり、詳しくは、例えば、半導体デバイス製造プロセスの研磨加工に使用される化学機械研磨用のシリカ系研磨液（CMPスラリー）を調製するにあたり、連続して効率的に調製でき且つ一層高精度に濃度調整できる研磨液の調製方法、および、当該調製方法を実施するための研磨液の調製装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】半導体デバイス製造プロセスの研磨加工においては、メタル配線や層間絶縁膜の表面を研磨する際、シリカ系の化学機械研磨用研磨液（CMPスラリー）が使用される。斯かる研磨液には、研磨処理の内容によって酸またはアルカリが添加剤として添加されるが、特に、研磨液における添加剤の濃度は、デバイスパターンの微細化により、一層厳密に管理される必要がある。

【0003】例えば、回路パターン作成後の研磨に使用される研磨液には、配線間のプラグ除去や配線パターン表面の微量研磨を促進するため、酸化剤としての過酸化水素が添加されるが、正確なポリッシングレートを得るため、過酸化水素の添加量は、CMPスラリー全体の3.5重量%、誤差範囲を0.1〜0.5重量%以内とされる。そこで、上記の研磨液の調製においては、回分の研磨液を調製する都度、電位差滴定法による濃度分析を行い、過酸化水素の濃度を高精度に調整している。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】ところで、上記の様な研磨液の調製方法は、濃度測定に比較的長い時間を必要とするうえ、添加剤の濃度が変化しやすいために測定誤差を生じたり、あるいは、電極表面の汚染や劣化によって測定誤差を生じることがあり、結果的に濃度の安定性に欠けると言う問題がある。従って、スラリーの原液に添加剤を添加して所定の添加剤濃度の研磨液を調製するにあたり、効率的に調製でき且つ一層高精度に濃度調整できる新たな手段が望まれる。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記の実情を鑑みて種々検討の結果、シリカ系研磨液の調製においては、連続的に研磨液を調製すると共に、超音波音速法によって継続して濃度測定するならば、インラインで短時間に且つリアルタイムに添加剤濃度を管理でき、そして、得られる研磨液の添加剤濃度を一層高精度に目標濃度に近づけ得ることを見出し、本発明を完成した。

【0006】すなわち、本発明は2つの要旨からなり、その第1の要旨は、主に水および砥粒成分から成るスラリー原液に添加剤としての酸またはアルカリを添加することにより、所定の添加剤濃度の化学機械研磨用の研磨液を調製する方法であって、初期調製工程（A）；一定のスラリー濃度のスラリー原液に添加剤を添加し、所定範囲内の添加剤濃度の研磨液を連続的に調製する工程、濃度調整工程（B）；工程（A）で得られる研磨液の添加剤濃度を測定し且つ測定された濃度と予め設定された目標濃度の域値とを比較し、測定された濃度が目標濃度の域値外の場合にスラリー原液または添加剤の不足量を追加供給する工程を含み、濃度調整工程（B）において添加剤濃度を測定するにあたり、超音波音速法によって継続的に測定することとを特徴とする研磨液の調製方法に

存する。

【0007】また、本発明の第2の要旨は、主に水および砥粒成分から成るスラリー原液に添加剤としての酸またはアルカリを添加することにより、所定の添加剤濃度の化学機械研磨用の研磨液を調製する装置であって、スラリー原液を貯蔵する原液槽、添加剤を貯蔵する添加剤槽、研磨液を貯蔵して外部へ供給する研磨液槽、前記原液槽から前記研磨液槽にスラリー原液を供給する原液供給装置、前記添加剤槽から前記研磨液槽に添加剤を供給する添加剤供給装置、前記研磨液槽の研磨液の添加剤濃度を測定する濃度測定装置、および、これらの機器を制御する制御装置を含み、前記濃度測定装置は、超音波音速法によって継続的に濃度を測定する機能を備え、前記制御装置は、前記濃度測定装置によって測定される濃度と予め設定された目標濃度の域値とを比較し、測定された濃度が目標濃度の域値外の場合に前記原液供給装置または前記添加剤供給装置を作動させ、スラリー原液または添加剤の不足量を前記研磨液槽に追加供給する機能を備えていることを特徴とする研磨液の調製装置に存する。

【0008】また、上記の研磨液の調製装置においては、砥粒成分の沈降や凝集を防止するため、研磨液槽には、噴流によって研磨液を攪拌する攪拌機構が設けられているのが好ましい。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明に係る研磨液の調製方法および調製装置の一実施形態を図面に基づいて説明する。図1は、本発明に係る研磨液の調製装置の概要を示す系統図である。図2は、本発明に係る研磨液の調製方法および調製装置によって研磨液を調製した場合の濃度調整工程における添加剤濃度の変化を示すグラフである。

【0010】以下の実施形態においては、半導体デバイス製造プロセスの研磨加工に使用されるシリカ系研磨液の調製を一例に挙げて説明するが、本発明は、後述する超音波音速法で測定可能な成分である限り、各種の研磨液に適用できる。また、実施形態の説明においては、研磨液の調製方法を「調製方法」と略記し、研磨液の調製装置を「調製装置」と略記する。

【0011】本発明の調製方法を説明するにあたり、まず、斯かる調製方法を好適に実施し得る本発明の調製装置を説明する。本発明の調製装置は、主に水および砥粒成分から成るスラリー原液に添加剤としての酸またはアルカリを添加することにより、例えば、半導体デバイス等の研磨に適用される所定の添加剤濃度の化学機械研磨用のシリカ系研磨液(CMPスラリー)を連続的に調製可能な装置であり、継続的に添加剤濃度を測定管理し、高精度に研磨液の添加剤濃度を調整し得る調製装置である。

【0012】調製される研磨液がシリカ系の場合、砥粒成分としては、二酸化ケイ素の粉末が使用される。添加

剤としては、メタル配線の表面を研磨する場合やプラグを除去する場合、これらを酸化し得る成分であればよく、一般的には過酸化水素が使用される。また、シリコン層を研磨する場合は、水酸化カリウム等のアルカリが添加剤として使用される。これらの酸またはアルカリは、水溶液として添加される。

【0013】本発明の調製装置は、図1に示す様に、主に、スラリー原液を貯蔵する原液槽(1)、添加剤を貯蔵する添加剤槽(2)、得られる研磨液を貯蔵して外部の研磨装置などへ供給する研磨液槽(4)、原液槽(1)から研磨液槽(4)にスラリー原液を供給する原液供給装置(A1)、添加剤槽(2)から研磨液槽(4)に添加剤を供給する添加剤供給装置(A2)、研磨液槽(4)の研磨液の添加剤濃度を測定する濃度測定装置(30)、および、これらの機器を制御する制御装置(図示せず)から構成される。

【0014】原液槽(1)は、原料としてのスラリー原液を研磨液槽(4)に供給するためのバッファタンクであり、内容積が100~1000リットル程度の耐腐食性を備えた固定式容器または可搬式容器によって構成される。原液槽(1)には、系外から搬入されるスラリー原液の搬送用容器に接続可能な配管(10)が設けられており、原液槽(1)は、窒素などの不活性ガスによって搬送用容器から圧送されたスラリー原液が配管(10)を通じて供給される様になされている。また、原液槽(1)には、空気との接触を防止するため、窒素などの不活性ガスを供給する配管(11)が付設される。

【0015】添加剤槽(2)は、上記の様な酸またはアルカリの添加剤を水溶液で貯蔵するため、耐腐食性を備えた容器によって構成される。例えば、添加剤槽(2)は、内容積が20~200リットル程度のフッ素樹脂でライニングされた容器によって構成される。添加剤槽(2)には、添加剤の液量を計測するため、光式、導電率式、静電容量式などのポイント測定可能な液面計(70)が設けられる。なお、液面計(70)は、添加剤槽(2)の側面に直接設置されてもよい。また、添加剤槽(2)にも、系外から添加剤を受け入れるための配管(12)と、不活性ガス供給用の配管(13)とが付設される。

【0016】図示した装置においては、スラリー原液と添加剤の混合効率を高めるため、原液槽(1)及び添加剤槽(2)の下流側に混合槽(3)が配置されており、原液槽(1)のスラリー原液および添加剤槽(2)の添加剤が混合槽(3)を介して研磨液槽(4)に供給される様に構成される。混合槽(3)は、スラリー原液と添加剤の混合を行う槽であり、耐腐食性を備えた容器で構成される。斯かる混合槽(3)は、スラリー原液と添加剤を効率的に混合するため、例えば、スクリュウ構造の送液通路を内部に備えていてもよい。そして、混合槽(3)で調整された研磨液が配管(54)を通じて研磨

液槽(4)に移送される様に構成される。

【0017】研磨液槽(4)は、調整された研磨液を外部の研磨装置へ供給するためのバッファタンクであり、耐腐食性を備えた容器によって構成される。研磨液槽(4)には、研磨液の液量を計測するため、光式、導電率式、静電容量式などのポイント測定可能な液面計(71)が設けられる。また、斯かる液面計(71)も、必要に応じて添加剤槽(2)の側面に直接設置されてもよい。更に、空気との接触を防止するため、研磨液槽(4)には、不活性ガス供給用の配管(16)が付設される。

【0018】また、研磨液槽(4)には、当該研磨液槽におけるスラリー濃度が規定濃度以上になった場合に純水を補給するための純水供給装置(A3)が設けられる。純水供給装置(A3)は、系外の純水製造装置から純水を供給する配管(15)と、研磨液槽(4)への純水の供給を制御する開閉弁(44)と、研磨液槽(4)への純水の入口としての配管(14)とから構成される。

【0019】更に、研磨液槽(4)においては、砥粒成分の沈降や凝集を防止するため、噴流によって研磨液を常時攪拌する攪拌機構が設けられる。具体的には、攪拌機構は、後述する研磨液循環供給装置(A4)の研磨液循環ラインにおける配管(58)の先端側、すなわち、研磨液槽(4)との接続部分に付設されたジェットノズル(図示せず)によって構成される。斯かるジェットノズルは、配管(58)側から噴出する駆動加圧流体としての研磨液の噴出エネルギーにより研磨液槽(4)内の研磨液に対して物理的衝撃を加え、研磨液槽(4)の底部に噴流を発生させることが出来る。

【0020】原液供給装置(A1)は、原液槽(1)から混合槽(3)にスラリー原液を圧送する装置であり、原液槽(1)からスラリー原液を取り出すための配管(50)と、スラリー原液を送るポンプ(20)と、当該ポンプから混合槽(3)へ至る配管(51)及び(59)と、配管(51)と配管(59)の間に介装され且つ混合槽(3)へのスラリー原液の供給を制御する定流量弁(40)とから構成される。ポンプ(20)としては、一定の流量でスラリー原液を圧送するためにベローズ方式などの定量ポンプが使用される。

【0021】添加剤供給装置(A2)は、添加剤槽(2)から混合槽(3)に添加剤を圧送する装置であり、添加剤槽(2)から添加剤を取り出すための配管(52)と、添加剤を送る2基のポンプ(21)及び(22)と、ポンプ(21)及び(22)から混合槽(3)の入口の上記の配管(59)に至る配管(65)及び(53)と、配管(65)と配管(53)の間に介装され且つ混合槽(3)への添加剤の供給を制御する開閉弁(46)とから主として構成される。

【0022】しかも、研磨液槽(4)へ添加剤を直接供

給し得る様に、ポンプ(21)及び(22)の吐出側の配管(65)には、研磨液槽(4)へ至る分岐配管(66)及び配管(67)が設けられ、配管(66)と配管(67)の間には、開閉弁(47)が介装される。ポンプ(21)とポンプ(22)は、高い精度で供給量を制御するために並列に配置されており、これらのポンプとしては、流量が可変で且つ一定流量に制御可能なマクネットポンプ等の定量ポンプが使用される。

【0023】また、研磨液槽(4)の下流側には、研磨液の濃度を管理し且つ調製された研磨液を外部の研磨装置へ供給するため、上記の濃度測定装置(30)を含む研磨液循環供給装置(A4)が設けられる。研磨液循環供給装置(A4)は、研磨液供給ラインと研磨液循環ラインとから成る。研磨液供給ラインは、研磨液槽(4)から研磨液を取り出すための配管(55)と、研磨液を送るポンプ(23)と、ポンプ(23)から上記の研磨装置へ至る配管(56)及び(64)と、配管(56)と配管(64)の間に介装され且つ研磨液の供給を制御する開閉弁(42)とから構成される。

【0024】他方、研磨液循環ラインは、上記の配管(55)、ポンプ(23)及び当該ポンプの吐出側に接続された配管(56)と、斯かる配管(56)から分岐して研磨液槽(4)へ至る配管(63)、(61)及び(58)と、配管(63)と配管(61)の間に介装された開閉弁(41)と、配管(63)と配管(61)の間に介装された上記の濃度測定装置(30)とから構成される。

【0025】なお、研磨液循環ラインの配管(58)に接続された配管(57)、配管(60)及びこれらの間に介装された開閉弁(43)は、上記の研磨装置で回収された研磨液を再生するための還流ラインを構成しており、また、ポンプ(23)の吐出側の配管(56)から分岐された分岐配管(62)及び当該配管に付設された開閉弁(45)は、保守点検などの際に研磨液槽(4)の研磨液を排出するための排出ラインを構成している。

【0026】本発明においては、研磨液槽(4)の研磨液における添加剤、例えば過酸化水素の濃度を継続的に測定し且つリアルタイムに過不足を検出するため、濃度測定装置(30)は、超音波音速法によって継続的に濃度を測定可能な装置によって構成される。超音波音速法による濃度測定法は、液体中の超音波の伝播速度を計測し、液体の組成および温度に起因する液体の密度(又は比重)を検出することにより、液体の特定成分の濃度を測定する方法である。

【0027】具体的には、濃度測定装置(30)は、概略、液中に超音波パルスを発進する超音波発振器、発進された超音波パルスを再び超音波発振器側へ反射する反射板、および、超音波発振器内の歪電素子で電気信号に変換された反射パルスを増幅、ゼロクロス検波して単一パルスに変換し、トリガするシング・アラウンド回路

としての伝播速度測定部とから成る。斯かる濃度測定装置(30)としては、公知の各種超音波濃度計を使用できるが、例えば、富士工業社製の「超音波濃度計FUD-1型(製品名)」等が挙げられる。

【0028】本発明の調製装置においては、上記の研磨液循環ラインに濃度測定装置(30)が付設されることにより、循環する研磨液槽(4)の研磨液の密度を検出し、添加剤濃度(過酸化水素濃度)を $1/10 \sim 1/100$ 重量%の誤差範囲で測定する様になされている。なお、本発明において、添加剤の濃度を継続的に測定するとは、一定周期で複数回測定したり、あるいは、連続して濃度をモニターすることを言う。また、濃度測定装置(30)には、スラリー濃度を管理するため、研磨液の電位を測定するためのpH計(図示せず)が付設される。

【0029】本発明の調製装置は、研磨液槽(4)において迅速に且つ高い精度で研磨液の濃度を調整するため、特定の機能を有する制御装置が設けられる。斯かる制御装置は、液面計(71)、ポンプ(23)、濃度測定装置(30)などの各機器の信号をデジタル変換する入力装置と、マイクロコンピュータを含むプログラムコントローラーやパーソナルコンピュータ等の演算処理装置と、演算処理装置からの制御信号をアナログ変換する出力装置とから主に構成される。

【0030】そして、上記の制御装置は、濃度測定装置(30)によって継続的に測定される濃度と予め設定された目標濃度の域値とをリアルタイムに比較し、測定された濃度が目標濃度の域値外の場合、測定された濃度と目標濃度の差に基づいてスラリー原液または添加剤の過不足量を演算し、原液供給装置(A1)又は添加剤供給装置(A2)を作動させ、スラリー原液または添加剤の不足量を研磨液槽(4)に供給する機能を備えている。

【0031】更に、上記の制御装置は、濃度測定装置(30)によって測定された水分濃度(水分量)と予め設定された水分濃度とを比較し、測定された水分濃度が目標濃度の下限値よりも低下した場合、水の不足量を演算し、純水供給装置(A3)を作動させ、研磨液槽(4)に純水を供給する機能を備えている。

【0032】次に、本発明の調整装置における機能と共に、当該調整装置を使用した本発明の調製方法を説明する。研磨液を調製するにあたり、予め、研磨液において目標とされる添加剤濃度、すなわち過酸化水素の目標濃度、ならびに、許容される濃度の上限値と下限値の範囲(域値)を設定する。上記CMPスラリーの場合、例えば、スラリー濃度は10.0重量%、その域値は 10.0 ± 0.5 重量%に設定され、そして、添加剤濃度は3.5重量%、その域値は 3.5 ± 0.35 重量%に設定される。

【0033】本発明の調製方法は、一定のスラリー濃度のスラリー原液に添加剤を添加し、所定範囲内の添加剤

濃度の研磨液を連続的に調製する初期調製工程(A)と、工程(A)で得られる研磨液の添加剤濃度を測定し且つ測定された濃度と予め設定された目標濃度の域値とを比較し、測定された濃度が目標濃度の域値外の場合にスラリー原液または添加剤の不足量を追加供給する濃度調整工程(B)とから成る。

【0034】初期調製工程(A)を実施するには、先ず、原液供給装置(A1)及び添加剤供給装置(A2)を作動させる。すなわち、原液供給装置(A1)のポンプ(20)を起動し、原液槽(1)から混合槽(3)へスラリー原液を供給すると共に、添加剤供給装置(A2)の例えばポンプ(21)を起動し、添加剤槽(2)から混合槽(3)へ添加剤(水溶液)を供給する。上記の原液供給装置(A1)及び添加剤供給装置(A2)の作動により、スラリー原液と添加剤が混合槽(3)に供給され且つ当該混合槽で混合され、配管(54)を通じて研磨液として研磨液槽(4)へ供給される。

【0035】研磨液槽(4)へのスラリー原液および添加剤の供給量は、液面計(71)からの信号に基づき、原液供給装置(A1)のポンプ(20)及び添加剤供給装置(A2)のポンプ(21)の吐出量によって制御するが、初期調製工程(A)においては、後段の濃度調整工程(B)においてスラリー原液または添加剤の何れか一方の補給によって濃度を調製し得る様に、スラリー原液または添加剤の一方の混合量を所要量よりも少なく設定してもよい。例えば、添加剤(水溶液)の混合量を所要量の97.5%、スラリー原液の混合量を所要量の100%に設定する。

【0036】他方、上記の操作に伴い、研磨液循環供給装置(A4)の研磨液循環ラインにおける開閉弁(41)を開放し、ポンプ(23)を起動することにより、研磨液の循環操作を開始する。その際、配管(58)の先端に付設された攪拌手段としてのジェットノズルは、逆流される研磨液を研磨液槽(4)内へ噴出し、研磨液槽(4)の研磨液を更に攪拌混合する。上記の攪拌手段を使用した場合には、研磨液槽(4)における研磨液の成分を一層均一化でき且つ砥粒成分の沈降や凝集を防止できる。しかも、インペラー方式の攪拌装置の様に発塵による不純物の混入がなく、研磨液の純度を維持できる。

【0037】また、研磨液の循環操作に伴い、上記の濃度調整工程(B)を実施し、研磨液中の少なくとも添加剤濃度を測定する。斯かる添加剤濃度を測定するには、配管(63)、(61)及び(58)を通過する研磨液の一部を濃度測定装置(30)に供給する。これにより、濃度測定装置(30)は、超音波音速法によって添加剤濃度を高精度に測定し、測定信号を制御装置へリアルタイムに出力する。

【0038】一方、上記の制御装置は、入力された濃度測定装置(30)からの濃度の値と予め設定された目標

濃度の域値とを比較し、測定値が目標濃度の域値内か否かをリアルタイムに判別する。そして、入力された濃度が目標濃度の域値外であると判別された場合には、スラリー原液または添加剤の不足量を供給する。具体的には、濃度調整工程（B）において、スラリー原液または添加剤の不足量を供給する場合、測定された添加剤の濃度と目標濃度の差に基づいてその過不足量を演算し、原液供給装置（A1）又は添加剤供給装置（A2）を制御することにより、スラリー原液または添加剤の不足量を研磨液に供給する。

【0039】すなわち、制御装置は、例えば、添加剤濃度が目標濃度の域値よりも低いと判別した場合、測定された濃度と目標濃度との差に基づいて添加剤（水溶液）の不足量を演算し、演算結果に基づく制御信号を添加剤供給装置（A2）へ出力し、そして、添加剤供給装置（A2）のポンプ（22）の吐出量を制御し、添加剤（水溶液）を追加供給する。これに対し、例えば、添加剤濃度が目標濃度の域値よりも高いと判別した場合、制御装置は、測定された濃度と目標濃度との差に基づいて純水の不足量を演算し、演算結果に基づく制御信号を純水供給装置（A3）へ出力し、開閉弁（44）を開放して純水を追加供給する。

【0040】また、制御装置は、研磨液槽（4）に設けられた液面計（71）の信号を検出しつつ、研磨液槽（4）の液量が最大貯蔵量になるまでの間、上記の濃度調整工程（B）を継続し、研磨液槽（4）の研磨液の添加剤濃度を目標濃度の域値内に保持する。そして、制御装置は、研磨液循環供給装置（A4）の研磨液供給ラインを必要に応じて作動させ、調製された研磨液槽（4）の研磨液を半導体デバイス製造プロセスへ供給する。具体的には、研磨液供給ラインのポンプ（23）を起動し且つ開閉弁（42）を開放することにより、配管（55）、（56）及び（64）を通じ、研磨工程の研磨装置へ研磨液を供給する。

【0041】上記の様に、本発明の調製装置は、超音波音速法を利用した濃度測定装置（30）によって継続的に精密な濃度測定を行い、かつ、特定の機能を備えた制御装置によって添加剤濃度を直ちに調整し、研磨液中の添加剤の濃度を目標濃度に極めて近い値に収束させることが出来るため、極めて高精度に濃度調整でき且つ連続して効率的に研磨液を調製することが出来る。

【0042】そして、上記の様な調製装置を使用して実施される本発明の調製方法は、上記の様な例えばシリカ系研磨液（CMPスラリー）を調製する方法であり、上記の初期調製工程（A）及び濃度調整工程（B）から成り、濃度調整工程（B）において添加剤濃度を測定するにあたり、超音波音速法によって継続的に測定し、濃度を調整する。換言すれば、本発明の調製方法は、上記の様に、超音波音速法による精密な濃度測定を継続して行い、そして、スラリー原液または添加剤の不足量を直ちに

に補給することにより、研磨液中の添加剤の濃度を目標濃度に極めて近い値に収束させることが出来るため、極めて高精度に濃度調整でき且つ連続して効率的に研磨液を調製することが出来る。

【0043】因に、図1に示す調整装置を使用し、半導体デバイスの化学機械研磨に用いるシリカ系研磨液を調整した。スラリーの原液としては、純水および二酸化ケイ素（砥粒成分）から成り且つスラリー濃度が11重量%の原液を使用した。また、添加剤としては、濃度が30重量%の過酸化水素水を使用した。そして、研磨液槽（4）における添加剤の目標濃度を3.5重量%、域値を 3.5 ± 0.35 重量%に設定し、上記の濃度調整工程（B）実施したところ、研磨液槽（4）の研磨液の添加剤濃度に関し、図2に示す様な制御結果が得られた。なお、図2中には、2台の濃度測定装置（30）によって測定した過酸化水素濃度の変化と共に、研磨液をサンプリングし、電位差滴定法によって求めた過酸化水素濃度の値を比較例として示す。

【0044】

【発明の効果】以上説明した様に、本発明に係る研磨液の調製方法によれば、濃度調整工程において添加剤濃度を測定するにあたり、超音波音速法によって精密な濃度測定を継続的にを行い、そして、スラリー原液または添加剤の不足量を直ちに補給することにより、研磨液中の添加剤の濃度を目標濃度に極めて近い値に収束させることが出来るため、高精度に濃度調整でき且つ連続して効率的に研磨液を調製することが出来る。

【0045】また、本発明に係る研磨液の調製装置によれば、超音波音速法を利用した濃度測定装置によって継続的に精密な濃度測定を行い、かつ、特定の機能を備えた制御装置によって添加剤濃度を直ちに調整し、研磨液中の添加剤の濃度を目標濃度に極めて近い値に収束させることが出来るため、高精度に濃度調整でき且つ連続して効率的に研磨液を調製することが出来る。

【図面の簡単な説明】

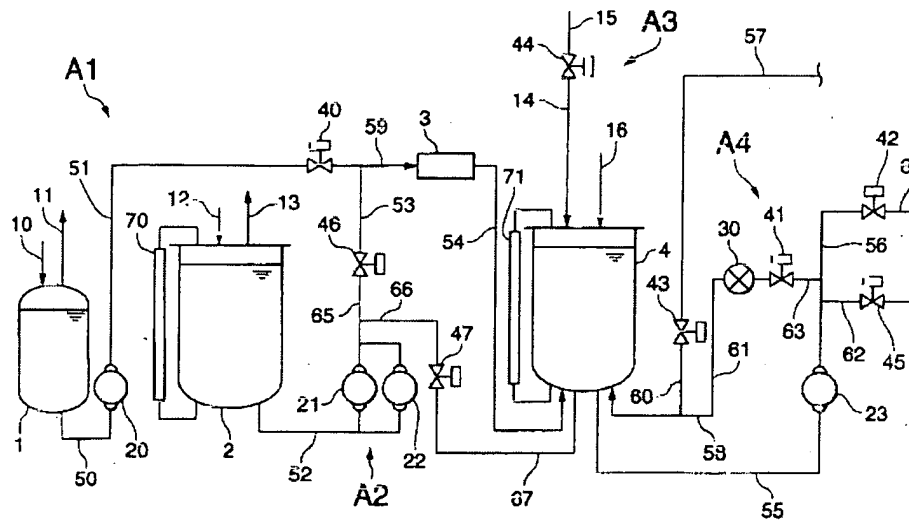
【図1】本発明に係る研磨液の調製装置の概要を示す系統図

【図2】本発明に係る研磨液の調製方法および調製装置によって研磨液を調製した場合の濃度調整工程における添加剤濃度の変化を示すグラフ

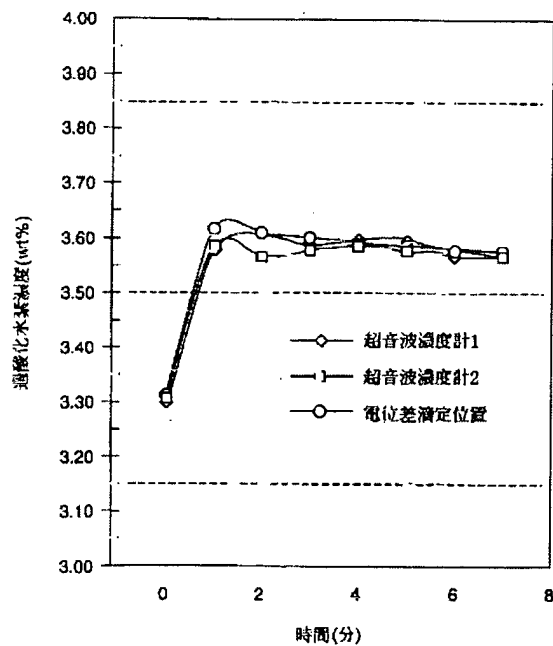
【符号の説明】

- 1 : 原液槽
- 2 : 添加剤槽
- 3 : 混合槽
- 30 : 濃度測定装置
- 4 : 研磨液槽
- A1 : 原液供給装置
- A2 : 添加剤供給装置
- A3 : 純水供給装置
- A4 : 研磨液循環供給装置

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 日野 増美
福岡県北九州市八幡西区黒崎城石1番2号
三菱化学エンジニアリング株式会社内

Fターム(参考) 3C047 FF08 FF09 GG15
3C058 AA07 AC04 DA12 DA17